

AGENT FOR DISSOLUTION AND SOLUBILIZATION OF SILICONE**Publication number:** JP3209345**Publication date:** 1991-09-12**Inventor:** HIROSE TADASHIRO; UEDA YOSHIHIRO; TAKAGI YOSHIAKI**Applicant:** NISSHIN OIL MILLS LTD**Classification:****- International:**

A61K8/55; A61K8/37; A61K8/58; A61K8/891;
A61Q1/00; A61Q1/02; A61Q1/04; A61Q1/06;
A61Q1/12; A61Q5/12; C07C69/24; C07F7/02;
C08J3/09; C08K5/10; C08L83/04; C11D7/50;
C11D9/26; A61K8/30; A61K8/72; A61Q1/00;
A61Q1/02; A61Q1/12; A61Q5/12; C07C69/00;
C07F7/00; C08J3/02; C08K5/00; C08L83/00;
C11D7/50; C11D9/04; (IPC1-7): A61K7/00; C07C69/24;
C08K5/10; C08L83/04; C11D7/50; C11D9/26

- European:

C08J3/09B3; A61K8/37; A61K8/891; A61Q1/02;
A61Q1/06; A61Q5/12; C07C69/24

Application number: JP19900004249 19900110**Priority number(s):** JP19900004249 19900110**Also published as:**

EP0437216 (A2)



US5252761 (A1)



EP0437216 (A3)



EP0437216 (B1)

Report a data error here**Abstract of JP3209345**

PURPOSE: To obtain the subject agent excellent in compatibility with a silicone, having a solubilization property, having a low skin irritation and excellent in safety and stability by blending one or more compounds selected from specified branched monoesters such as isooctyl isonananate.

CONSTITUTION: An agent for dissolution or solubilization of silicones containing one or more compounds selected from branched monoesters (e.g. isononyl isomyristate) represented by the formula (R1 is alkyl residue of 5-18C isocarboxylic acid; R2 is alkyl residue of 3-18C isalcohol). As the above-mentioned esters are excellent in solubility and solubilization properties, the esters can reduce limitation about the amount of silicones used in a silicone-containing product and can extend the usage thereof. In the respect of functions, a system is stabilized by dissolution or solubilization of a silicone and excellent functions of the silicone is fully shown therefor. In addition, the above mentioned agent is excellent in irritability, safety and stability also.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑫ 公開特許公報(A) 平3-209345

⑬ Int.Cl. ¹	識別記号	庁内整理番号	⑭ 公開 平成3年(1991)9月12日
C 07 C 69/24		8018-4H	
C 08 K 5/10	L R T	7167-4J	
C 08 L 83/04		6791-4J	
A 61 K 7/00	E	9051-4C	
C 11 D 7/50		8827-4H	
		8827-4H	

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 シリコン溶解剤および可溶化剤

⑯ 特 願 平2-4249

⑰ 出 願 平2(1990)1月10日

⑱ 発 明 者	広 瀬 忠 城	神奈川県横浜市磯子区森 6-27-9
⑲ 発 明 者	上 田 番 博	神奈川県横浜市港南区港南台 2-7-13
⑲ 発 明 者	高 木 良 彰	神奈川県中郡大磯町高麗 2-21-3-322
⑳ 出 願 人	日清製油株式会社	東京都中央区新川1丁目23番1号

明 細 書

1. 発明の名称

シリコン溶解剤および可溶化剤

2. 特許請求の範囲

(i) 下記の一般式(1)で示される分枝モノエステルの1種または2種以上を含んでなるシリコン溶解剤。



(式中、R₁は炭素数5~18のイソカルダン酸のアルキル残基、R₂は炭素数3~18のイソアルコールのアルキル残基を表す)

(ii) 請求項1記載の一般式(1)で示される分枝モノエステルの1種または2種以上を含んでなるシリコン不溶性油剤に対するシリコン可溶化剤。

3. 発明の詳細な説明

(a) 産業上の利用分野

本発明はシリコン溶解剤または可溶化剤に関するものである。

(b) 従来の技術

現在、シリコンは様々な用途に使用されており、上市されているシリコンの種類も多い。代表的な用途としては、撥水剤、消泡剤、離型剤、化粧品、塗料等の添加剤、潤滑油等であり、工業製品から化粧品、食品に至るまで非常に幅広い分野で使用されている。シリコンの種類としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等の一般シリコン、各種変性シリコン、共重合系シリコン等数多くあり、使用分野の拡大によってその形状も多様化している。また、使用される用途に合わせてシリコンには数csといった低粘度のものから100万cs程度の非常に高粘度のものまであり、重合度の増加に伴った粘度の増加

によって、他の油剤との溶解性も変化する。

一般にシリコーンは、各種の油剤との溶解性が悪く、鉱物油、動植物油、ほとんどの合成エステル、特に化粧品分野で利用されている脂肪酸エステルに代表される合成エステルにもほとんどのものが不溶である。例外的に溶解性が一般に認められているものとして、イソプロピルパルミテート、イソプロピルミリステート等が挙げられ、その他ではイソパラフィン、環状シリコーンなどが溶解性を持っている。しかしながら、イソプロピルパルミテート、イソプロピルミリステート等は、刺激性、安定性の点で問題があり、イソパラフィンにおいては精製度によって考えられる臭い、環状シリコーンにおいては安全性の面でそれぞれ問題をかかえている。

したがって、これらの問題点を克服しうる油剤が要求されており、また、シリコーンに不溶な油剤を可溶化しうる可溶化剤が必要になっている。

(i) 発明が解決しようとする課題

本発明の目的は、このような状況に鑑み、シリ

コーンとの相溶性がよく、可溶化能を有し、同時に皮膚刺激性が少なく、安定性および安全性にすぐれたシリコーン溶解剤および可溶化剤を得ることにある。

(ii) 課題を解決するための手段

本発明者は鋭意研究の結果、下記の一般式のエステルがこの目的に合致することを見出し本発明を完成した。

即ち本発明は、下記の一般式 (I) で示される分枝モノエステルの 1 種または 2 種以上を含んでいるシリコーン溶解剤および可溶化剤である。



(式中、R₁は炭素数 5～18 のイソカルボン酸のアルキル残基、R₂は炭素数 3～18 のイソアルコールのアルキル残基を表す)

本発明における分枝モノエステルを構成する酸およびアルコールのアルキル基は、それぞれイソプロピル、イソブチル、イソペンチル、イソヘキシ

ル、イソヘプチル、イソオクチル、イソノニル、イソデシル、イソトリデシル、イソミリスチル、イソパルミチルおよびイソステアール基等である。

エステル化反応は、無触媒または触媒存在下常圧もしくは減圧下において常法に従って行われる。エステル化反応終了後、必要に応じて常法に従い反応混合物を原色剤により脱色、脱臭精製するが真空蒸留による精製を行う。

本発明のエステルはいずれも無色無臭であり、常温で液体を呈し、融点安定性、耐酸または耐アルカリ加水分解性に優れ、刺激を有さないといった基本的機能を有しているのに加え、シリコーンとの相溶性に優れているという機能を持っている。

第 1 表に実施例 1～3 の各種エステルおよび他の油剤のシリコーンへの溶解性について調べた結果を示す。同表から明らかなように、本発明のエステルは高粘度のシリコーンに至るまで優れた溶解性を有している。

第 1 表 ジメチルシリコーンとシリコーン油との相溶性 (1:1 (wt%))

油 剤	100cs	1000cs	3000cs	1万cs	6万cs	10万cs	100万cs
実施例 1	○	○	○	○	○	○	○
実施例 2	○	○	○	○	○	○	○
実施例 3	○	○	○	○	○	○	○
イソプロピルパルミテート	○	△	△	△	△	△	△
イソブチルパルミテート	○	○	△	△	△	△	△
環状シリコーン	×	×	×	×	×	×	×
スクワラン	×	×	×	×	×	×	×
トリイソオクチル	○	×	×	×	×	×	×
トリイソノニル	○	×	×	×	×	×	×

○ 相溶する。
△ 相溶しない。
× 相溶しない。

第 2 表に実施例 1～3 の各種エステルとシリコーン油との相溶性 (1:1 (wt%))

おけるシリコン不溶性油剤の可溶性能を調べた結果を示す。表中の数値は上記混合系に溶解する不溶性油剤の量である。同表から明らかなように、本発明のエステルはシリコン不溶性油剤に対する優れたシリコン可溶性能を有している。

第2表

ジメチルポリシロキサン(3000cs)：可溶化剤＝1：1 (wt%)

不溶性油剤 可溶化剤	流動パラ フィン	トリイソオ クチル酸デ リセリル	パラメトキシ ケイ皮酸イソ オクチル
実施例1	35%	20%	5%
実施例2	40	20	5
実施例3	50	30	10
イソプロピル メリスレート	30	10	0

本発明のシリコン溶解剤および可溶化剤は各種の製品へ応用することができる。例えば化粧料へ適用する場合は、得られたエステル化生成物に常用成分、任意成分を適宜配合して各種化粧料を調

製する。即ち従来のシリコンを利用している各種化粧料の油剤、エモリエント剤等の全部または一部を本発明のエステル化生成物に替えて常法により調製される。エステル化生成物の配合は一概に規定できないが一般に0.1～30重量%である。化粧料の種類は特に制限はなく、髪髪用化粧品類、洗顔用化粧品類、化粧水類、クリーム乳液類、パック類、ファンデーション類、白粉打粉類、口紅類、眉目類化粧品類、爪化粧品類、浴用化粧品類、化粧用油類、洗顔料類、石けん類に適用することができる。

また化粧品以外に家庭用、車用などの各種シリコン配合製品への利用も可能である。

(a) 発明の効果

上記したように本発明のエステルは従来のシリコン溶解油剤に比べて溶解性、可溶性に優れ、したがって、シリコンを含有する製品において、シリコン使用量の制限を少なくし、また用途を拡大することができる。機能面では、シリコン

を溶解または可溶化することによって系を安定化し、またシリコンの優れた機能を充分に発揮することができるようになる。その他に、刺激性、安全性、安定性にも優れているため信頼性の高い製品が得られる。さらにシリコンを利用した製品の除去剤にも適用でき、例えば化粧品においてはクレンジングクリーム、ヘアトリートメント等、また車用品においては油膜とりなどが挙げられる。

(i) 実施例

実施例1 イソノナン酸イソオクチルの調製
イソノナン酸160gとイソオクチルアルコール130gを攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管、水分離管を備えた500mlの4つ口フラスコに仕込み、触媒として、塩化スズ粉末を全仕込量の0.3%、還流溶剤として、キシロールを全仕込量の5%、一層に加え、攪拌しながら混合物を150～200℃で10時間反応させた。反応終了後、活性白土を用いて脱色し、常法による脱臭を行い目的とする生成物

153gを得た。

実施例2 イソミリスチン酸イソノニルの調製
イソミリスチン酸200gとイソノニルアルコール130gを実施例1と同様にエステル化し、目的とする生成物118gを得た。

実施例3 イソノナン酸イソデシルの調製
イソノナン酸160gとイソデシルアルコール160gを実施例1と同様にエステル化し、目的とする生成物141gを得た。

実施例4 エステル化生成物の安全性試験
人体に対する一次刺激性を閉塞パッチテストによって次のように検討した。

即ち前腕または上腕屈側部皮膚の角質および表皮上の皮脂を除き、1インチ四方のリント布に試料を塗布し、これを皮膚表面に貼布し、油紙で覆い、紙絆創膏で四方を井桁にとめ、この上をさらに綿帯で押さえる。健康人20名に対しこのテストを実施し、24時間、48時間、1週間後にそれぞれ判定を行ったが、本エステル化生成物(実施例1

～3) はいずれも全く刺激性が認められなかった。

さらに塗布後の発臭試験を次の如く実施した。
即ち前胸部に2インチ四方に試料約0.2gを塗布し、10分後、20分後、30分後、1時間後、4時間後、8時間後にそれぞれ風量により臭気を判定した。健康人20名に対してこの試験を行ったが本エステル化生成物(実施例1～3)のいずれも臭気は全く感じられなかった。

実施例5 エステル化生成物の安定性試験
250mlのサンプルビンに実施例1～3で得たそれぞれの油剤100mlとpH4および9の標準緩衝液(和光純薬工業)100mlを加え、真空封入後、55℃の恒温槽に置いて放置した。経時変化は静置後の油層を分離し、酸価を測定した。その結果を第3表に示した。

第3表

サンプル	緩衝液のpH	開始時	1日	4日	1週間	1ヶ月	3ヶ月
実施例1	4	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.5
	9	0.2	0.2	0.2	0.2	0.4	1.1
実施例2	4	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	9	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2
実施例3	4	0.1	0.1	0.1	0.2	0.3	0.4
	9	0.1	0.1	0.1	0.2	0.3	0.9
イソプロピルステアート	4	0.2	0.2	0.2	0.3	0.5	1.9
	9	0.2	0.2	0.3	0.4	0.7	2.2

実施例6 配合例

酸価はいずれも≦1%

(1) エアゾール型製剤

実施例1のエステル 1.5

プロピレングリコール 0.2

メチルフェニルシロキサン 0.1

香料 0.2

酸性アルコール(無水) 18.0

増粘剤 80

(2) エモリエントローション

マイクロクリスタリンワックス 1.0

ジメチルポリシロキサン 2.0

ミツロウ 2.0

実施例2のエステル 30.0

ソルビタンセスキオレイン酸エステル 4.0

ポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル(20E:O) 1.0

ステアリン酸アルミニウム 0.2

グリセリン 8.0

防腐剤、酸化防止剤、香料 適量

精製水にて 全量100%

(3) ファンデーション(油性軟膏剤)

実施例2のエステル 24.0

パルミチン酸イソプロピル 15.0

ラノリンアルコール 2.0

ジメチルポリシロキサン 5.0

マイクロクリスタリンワックス 5.0

キャンデリラロウ 1.0

オンケライト 8.0

酸化チタン 15.0

カオリン 15.0

タルク 6.0

着色顔料 4.0

防腐剤、酸化防止剤、香料 適量

(4) ファンデーション(ケーキ型)

実施例3のエステル 10.0

セスキオレイン酸ソルビタン 3.5

ジメチルポリシロキサン 3.0

酸化チタン 10.0

コロイダルカオリン 25.0

タルク 45.1

ベンガラ 0.8

胃酸化鉄 2.5

黒酸化鉄 0.1

防腐剤、香料 適量

手続補正書

(6)口缸	
キャンデリラロウ	10.0
カルナウバロウ	4.0
セレン	3.0
マイクロクリスタリンワックス	3.0
ジメチルポリシロキサン	10.0
実施例2のエステル	10.0
トリ-2エチレンヘキサン酸グリセリン	40.0
リンゴ酸ジイソステアール	20.0
赤色202号	適量
赤色226号	適量

平成2年3月



特許庁長官 吉田文毅殿

1. 事件の表示
平成2年特許願第4249号
2. 発明の名称
シリコン溶解剤および可溶化剤
3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都中央区新川一丁目23番1号

名称 日清製油株式会社

代表者 曾川光男



特許出願人

日清製油株式会社

本件に関する連絡は下記にお願いします。

郵便番号 221

住所 神奈川県横浜市中区千石町1-3

名称 日清製油株式会社 研究所

電話 045(461)0120

2.3.20

エ

ア

4. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

5. 補正の内容

明細書第7頁第2表の次に以下の文章を挿入する。

「第3表にシリコンを含むワックスに実施例3の可溶化剤を添加した場合の状態を示す。即ち実施例3のエステル3.5重量部、シリコン(100ca)2.5重量部を混合し、融解したパラフィンワックス4.0重量部に加えて固化し、この試料を室温にて濾紙上に放置し、経時的な重量変化によりシリコンの分離度を調べた。比較のため上記の試料において実施例3の可溶化剤を流動パラフィンに変えたものを調整し、同様にシリコンの分離度を調べた。

第3表 ワックスからのシリコン分離度(%)

	本発明による試料	流動パラフィンを用いたもの
スタート時	0.00	0.00
3日後	0.06	3.71
7日後	0.14	6.40

上表から明らかなように本発明の可溶化剤はワックス中でシリコンを可溶化し、シリコンの分離を効果的におさえている。」